

**Method for the distillation separation of an azeotropic mixture.**

Patent Number: EP0133510

Publication date: 1985-02-27

Inventor(s): KAIBEL GERD

Applicant(s): BASF AG (DE)

Requested Patent:  EP0133510, B1

Application Number: EP19840108721 19840724

Priority Number(s): DE19833327952 19830803

IPC Classification: B01D3/36; B01D3/40

EC Classification: B01D3/36, B01D3/40Equivalents: CA1222717,  DE3327952,  JP60075304Cited Documents: US4419188; US3881994; US3142016**Abstract**

1. A process for separating a mixture which is azeotropic or behaves almost azeotropically and is difficult to separate by distillation, into two pure or substantially pure fractions by distillation, by adding a further component, using a procedure which is similar to extractive distillation and is carried out in a distillation column, a section of which is divided into a feed part and a take-off part by a separating means which is effective in the longitudinal direction and prevents cross-mixing of liquid streams and/or vapor streams, wherein the azeotropic mixture is fed in part-streams to the feed part and to the take-off part, in each case at or near the top, and one of the two pure or substantially pure fractions is removed as overhead product from the distillation column, and the other fraction is removed as side product from the take-off part, the side product passing from the feed part into the take-off part only at the lower end of the separating means.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2



**Eur pâisches Patentamt  
European Patent Offic  
Office européen des brevets**

⑪ Veröffentlichungsnummer:

0 133 510  
A1

12

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 84108721-6

51 Int. Cl.<sup>4</sup>: B 01 D 3/36  
B 01 D 3/40

(22) Anmeldetag: 24.07.84

30 Priorität: 03 08 83 DE 3327952

71 Anmelder: BASF Aktiengesellschaft  
Carl-Bosch-Strasse 38  
D-6700 Ludwigshafen(DE)

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
27.02.85 Patentblatt 85/9

72 Erfinder: Kaibel, Gerd  
Robert-Bosch-Strasse 4  
D-6840 Lampertshain (DE)

84 Benannte Vertragsstaaten:

54 Verfahren zur destillativen Zerlegung eines azeotropen Stoffgemisches.

57) Verfahren zur destillativen Zerlegung eines azeotropen oder sich annähernd azeotrop verhaltenden, schwer destillativ trennbaren Stoffgemisches in zwei reine oder weitgehend reine Fraktionen durch Zugabe einer Zusatzkomponente - analog einer Extraktivdestillation - mittels einer Destillationskolonne, die in einem Teilbereich durch eine in Längsrichtung wirkende Trenneinrichtung, die eine Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise verhindert, in einen Zulaufteil und einen Entnahmeteil unterteilt ist, wobei dem Zulaufteil und dem Entnahmeteil das azeotrope Stoffgemisch in Teilströmen jeweils am Kopf oder in der Nähe des Kopfes zugeführt wird, und die zwei reinen oder weitgehend reinen Fraktionen als Kopfprodukt aus der Destillationskolonne und als Seitenprodukt aus dem Entnahmeteil abgezogen werden.

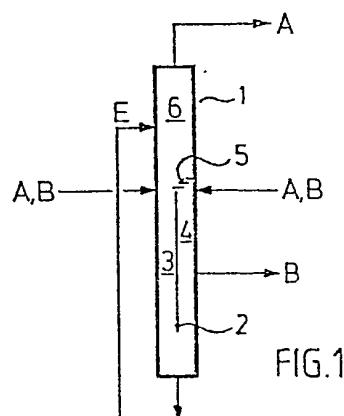


FIG.1

## BEZEICHNUNG GEÄNDERT

siehe Titelseite

Verfahren zur destillativen Zerlegung eines azeotropen Stoffgemisches  
- analog einer Extraktivdestillation - mittels einer Destillationskolonne

05 Die Erfindung betrifft ein Verfahren nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

Es ist bekannt, zur destillativen Zerlegung eines azeotropen Zweistoffgemisches in seine Einzelkomponenten verschiedene destillative Verfahren einzusetzen. Dies sind im wesentlichen die Zweidruckdestillation, die 10 azeotrope Destillation und die extraktive Destillation. Diese 3 Destillationsverfahren sind ausführlich im Lehrbuch von R. Billet, "Industrielle Destillation", Jahr 1972, Seiten 223 bis 231 beschrieben.

Als Nachteil erweist sich bei allen 3 Destillationsverfahren, daß mindestens 2 Destillationskolonnen zur Auftrennung des azeotropen Zweistoffgemisches notwendig sind. Daraus resultiert apparativ und meß- und regeltechnisch ein erhöhter Aufwand.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, die destillative Zerlegung von 20 azeotropen Zweistoffgemischen zu vereinfachen, d.h. in einem einstufigen Destillationsverfahren, mittels einer Destillationskolonne, durchzuführen.

Diese Aufgabe wird durch die kennzeichnenden Merkmale des Anspruchs 1 25 gelöst.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird im folgenden näher beschrieben.

30 Es zeigen

Figur 1

ein schematisches Verfahrensfließbild einer Destillationskolonne, bei der das azeotrope Zweistoffgemisch dem Zulaufteil und dem Entnahmeteil in 35 Teilströmen jeweils am Kopf zugeführt werden.

Figur 2

ein schematisches Verfahrensfließbild einer Destillationskolonne, bei der das azeotrope Zweistoffgemisch ausschließlich dem Zulaufteil zugeführt 40 wird.

Gemäß Figur 1 wird eine Destillationskolonne 1 - im folgenden Kolonne 1 genannt - durch eine in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtung 2 in Go/P

einen Zulaufteil 3 und einen Entnahmeteil 4 unterteilt. Der Entnahmeteil 4 ist am oberen Ende der Trenneinrichtung 2 durch einen Flüssigkeitssammler 5 üblicher Bauart s abgeschlossen, daß die von ben aus dem nicht unterteilten oberen Bereich 6 der Kolonne 1 herabströmende Flüssigkeit 05 vollständig in den Zulaufteil 3 der Kolonne abgeleitet wird, so daß von dem nicht unterteilten oberen Bereich 6 keine Zusatzkomponente E (Extraktionsmittel) in den Entnahmeteil 4 gelangen kann. Dem Kopf des oben offenen Zulaufteils 3 und dem Kopf des oben Dampf durchlassenden, jedoch Flüssigkeit absperrenden Entnahmeteils 4 werden in Teilströmen das azeotrope 10 Zweistoffgemisch A,B zugegeben. Die Zufuhr des Teilstroms am Kopf des Entnahmeteils 4 entspricht der erforderlichen Flüssigkeitsmenge für den Stoffaustausch innerhalb des Entnahmeteils 4. Diese Funktion erklärt, daß dieser Zulaufstrom bevorzugt flüssig und mit möglichst niedriger Temperatur zugegeben wird, um die Menge möglichst klein zu halten. Gemäß Figur 1 15 wird demnach das azeotrope Zweistoffgemisch A,B in Teilströmen jeweils dem Kopf oder in der Nähe des Kopfes des Zulaufteils und Entnahmeteils zugegeben, während die sich in der Zusatzkomponente E schlecht lösende Komponente A des Zweistoffgemisches in üblicher Weise über Kopf der Kolonne abdestilliert wird, und die sich in der Zusatzkomponente E leicht 20 lösende Komponente B des Zweistoffgemisches dampfförmig oder flüssig aus dem Entnahmeteil abgezogen wird. Die Zusatzkomponente E wird wie bei der bekannten extraktiven Destillation in den oberen nicht unterteilten Bereich der Kolonne zugefahren und als Sumpfprodukt rein oder mit geringen Resten der sich leicht lösenden Komponente B als Sumpfprodukt abgezogen 25 und gegebenenfalls im Kreislauf wieder der Kolonne zugeführt.

Gemäß Figur 2 ist der Entnahmeteil A am Kopf gegen den nicht unterteilten oberen Bereich 6 dicht abgeschlossen. Des weiteren ist der Kopf des Entnahmeteils 4 mit einem Kondensator 7 für die Teil- oder Totalkondensation 30 der aus dem Entnahmeteil 4 abzuziehenden sich leicht lösenden Komponente B des Zweistoffgemisches ausgerüstet. Der Entnahmeteil 4 entspricht hier der nachgeschalteten Verstärkungssäule bei der bekannten extraktiven Destillation zur Trennung der sich in der Zusatzkomponente leicht lösenden Komponente von der Zusatzkomponente (Extraktionsmittel).

35

Im Gegensatz zu einfachen Destillationen in längsunterteilten Kolonnen ist die erfindungsgemäße Ausführung der Extraktivdestillation dadurch gekennzeichnet, daß die im Entnahmeteil abgezogene Seitenfraktion nur am unteren Ende der Längsunterteilung vorbei vom Zulauf in den Entnahmeteil 40 gelangt. Abgesehen vom Sonderfall einer Totalkondensation des im Entnahmeteil aufsteigenden Brüdens am oberen Ende der Längsunterteilung kann sogar eine Strömung in umgekehrter Richtung stattfinden, d.h. eine Teilmenge

der im Seitenabzug zu entnehmenden Fraktion gelangt am oberen Ende der Längsunterteilung aus dem Entnahmeteil zurück in den oberen gemeinsamen Kolonnenbereich bzw. den Zulaufteil.

05 Der entscheidende Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens liegt darin, die Trennung eines azeotropen Zweistoffgemisches in seine Einzelkomponenten mittels einer Destillationskolonne durchzuführen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur destillativen Zerlegung eines azeotropen oder sich annähernd azeotrop verhaltenden, schwer destillativ trennbaren Stoffgemisches in zwei reine oder weitgehend reine Fraktionen durch Zugabe einer Zusatzkomponente - analog einer Extraktivdestillation - mittels einer Destillationskolonne, die in einem Teilbereich durch eine in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtung, die eine Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise verhindert, 05 in einen Zulaufteil und einen Entnahmeteil unterteilt ist, dadurch gekennzeichnet, daß dem Zulaufteil und dem Entnahmeteil das azeotrope Stoffgemisch in Teilströmen jeweils am Kopf oder in der Nähe des Kopfes zugeführt wird, und die zwei reinen oder weitgehend reinen Fraktionen als Kopfprodukt aus der Destillationskolonne und als Seitenprodukt 10 aus dem Entnahmeteil abgezogen werden.  
15
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem Zulaufteil das azeotrope Stoffgemisch am Kopf oder in der Nähe des Kopfes zugeführt wird, und die zwei reinen oder weitgehend reinen Fraktionen als Kopfprodukt aus der Destillationskolonne und als Seitenprodukt aus 20 dem Entnahmeteil abgezogen werden.

Zeichn.

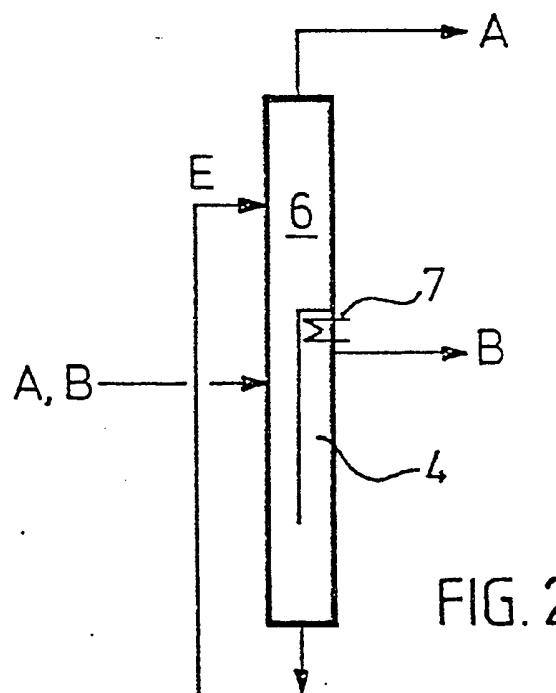
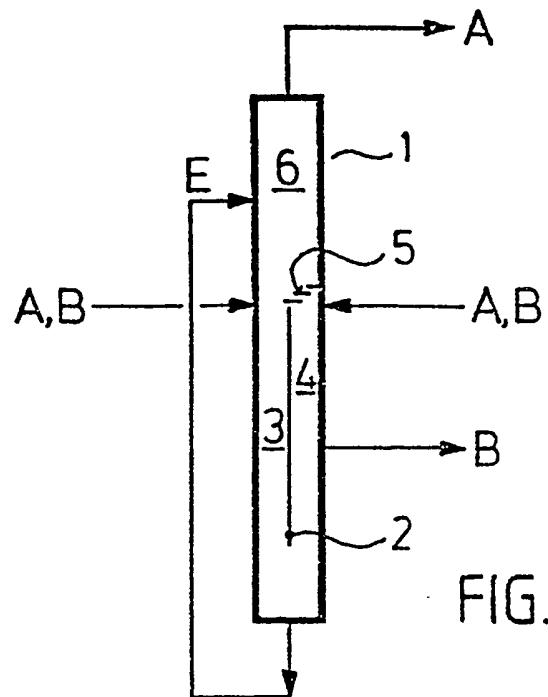
25

30

35

40







EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrift Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 4)
A	US-A-4 419 188 (T.F. McCALL) * Spalte 16, Zeile 38 - Spalte 17, Zeile 31; Figur 4 *	1, 2	B 01 D 3/36 B 01 D 3/40
A	US-A-3 881 994 (R.G. FICKEL) * Figur *	1	
A	US-A-3412 016 (R.G. GRAVEN) * Figur *	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int. Cl. 4)
			B 01 D C 07 C
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG	Abschlußdatum der Recherche 09-11-1984	Prüfer VAN BELLEGHEM W.R.	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN		<p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet      Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie      A : technologischer Hintergrund      O : nichtschriftliche Offenbarung      P : Zwischenliteratur      T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</p> <p>E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist      D : in der Anmeldung angeführtes Dokument      L : aus andern Gründen angeführtes Dokument</p> <p>&amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>	